

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開昭 6 1 - 2 6 5 6 5

(43) 公開日 昭和61年(1986)2月5日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>

C 0 4 B 35/56

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 4 B 35/56 1 0 1

審査請求 有

(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願昭59-148328

(22) 出願日 昭和59年(1984)7月17日

(71) 出願人 000000429

株式会社ノリタケカンパニーリミテド

愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番36号

(72) 発明者 可児 章

犬山市富岡新町5丁目36

(74) 代理人 土川 晃

(54) 【発明の名称】 S i C 質焼結体の製造方法

(57) 【要約】 本公報は電子出願前の出願データであるため要約のデータは記録されません。

## 【特許請求の範囲】

(1) Be、B、Al、Ⅲa族元素、Ⅳa族元素、Ⅴa族元素あるいはそれらの元素の含有物の内生なくとも1種以上の添加物を配合し、残部が実質的にSiCからなる混合物を成形後非酸化性雰囲気中で焼結するにあたり、成形体外部にAl元素あるいはAl含有物を共存させることを特徴とするSiC質焼結体の製造方法。

(2) 焼結を非加圧あるいは非酸化性ガス加圧で行なう特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

(3) 焼結温度を1900～2300℃で行なう特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の製造方法。

(4) 添加物が配合時に、あるいは焼結過程までに転化して、酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複化合物の内生なくとも1f11以上である特許請求の範囲第1項、f152項又は第3項記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 産業上の利用分野

本発明はSiC質焼結体、特に成形後無加圧で焼結するいわゆる通常焼結であっても緻密かつ高強度のSiC質焼結体を得ることのできる製造法に関するものである。従来の技術

SiCは従来上り硬度が高く、耐摩耗性にすぐれ、熱膨張率が小さく、また分解温度が高く、耐酸化性が大きく、化学的に安定で、かつ一般にかなりの電気伝導性を有する有用なセラミックス材料として知られている。このSiCの高密度焼結体は上記の性質に加え、強度が高温まで大きく、耐熱衝撃性にすぐれ、高温構造材料として有望とされ、ハスタービン用をはじめとして種々の用途にその応用が試みられている。、SiCは共有結合性の強い化合物であるため、単独では焼結が困難であり、高密度の焼結体を得るためには何らかの焼結助剤の添加が必要である。そしてホットプレス法の場合には焼結助剤としてB、84C、AlあるいはAlNなどが知られている。また常圧焼結法の場合には、B、B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>、へq18tNに加えて炭素を添加することが知られている。

## 発明が解決しようとする問題点

しかし前記常圧焼結助剤を用いる方法では、助剤を微粒化するのに困難であったり、助剤が活性なため、SiCとの混合に簡便な水素を使用することができなかつたり、また成形後の脱脂工程に空気雰囲気を使用できない等の困難を有している。

さらに助剤添加量の最適化には、原料選定、配合方法および焼結条件等種々の要因を制御する必要があるばかりでなく、焼結されたSiCの物性改善は限られたものしか期待できず充分なものとはいえない。

## 問題点を解決するための手段

そこで本発明者はホットプレス法によらない通常焼成の

方法によってでも、従来と同等以上の特性を持ったFi i C質焼結体を簡易な方法で製造することを目的に実験を重ねた結果、本発明に至った。本発明は、Be、B、Al、Ⅲa族元素、Ⅳa族元素あるいは該元素化合物の内生なくとも1種以上を添加し、残部が実質的にSiCからなる混合物を成形後成形体外部にAl元素あるいはAl含有物の共存下で、特には圧力を加えることなく、焼結してSiC質焼結体を得ることを要旨とするものである。

10 本発明の原料、製造方法などについて以下具体的に説明する。

まずSiC原料としてはα形、β形いずれの結晶形のものでも同様に使用できる。純度は98%以上のものが好ましいが、90～98%のものも有効に使用できる。粒度は極微粒の場合、平均粒径よりも比表面積で表わすことが適当であり、本発明の目的を有利に達成するには、比表面積5162/g以上あるいは10m<sup>2</sup>/g以上のものを使用することがよい。

つぎに添加物として使用する元素は、金属であってもよいし他元素との化合物であっても構わないが、粉碎、混合、成形、脱脂等の工程で安定なものが、また昇温中に逸散することのないよう、融点αが高く蒸気圧の低いものが好ましく、酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複化合物であることが好適である。該化合物は、配合時にその形態である必要はなく、例えば脱脂あるいは焼結の昇温過程等途邸の工程で転化するものでも良い。該添加元素の各種アルフレートや水酸化物はその好適な例であって、例えば空気中であれば酸化物を形成し、窒素雰囲気中であれば窒化物を形成し、炭素共有状態であれば炭化物が形成される等の転化が起る。該添加元素の形状は成形体中で分散状態の良いたが必要であるため、液体かもしくは固体の場合通常5m<sup>2</sup>/g以上の比表面積を有するものを使用するのが好ましい。添加量の下限は添加元素の金属重量%で0.1%である。これ以下では焼結しても緻密化が充分進まず高密度焼結体が得られない。添加量の上限は、焼結体の緻密度と共に添加物とSiCの複合体の好適な特性を実験的に定めることにより決定されるものであって、実質的な制限は存在しないが、SiCの物性を優先させる目的においてはおよそ50%以下とするのが常識的である。各元素あるいは化合物の中には多量に添加すると焼結体の緻密化を阻害したり多孔化させるものや焼結体の物性に好ましくない影響を与えるものもあり、これら元素あるいは化合物については、およそ10%以下という少量にとどめることが良好な結果を与える。

つぎに、焼結時に共存させておくAl元素あるいはAl含有物の形態については、焼結温度1900～2300℃の範囲でAl蒸気を発生するものであればよく、実質的な制約は何らない。焼結中はAl(蒸気が多量に逸散しない程度に成形体と共存)元素は密に封じられ、こ

状態にあるのが望ましい。簡便には、A1金属の塊や粉末を成形体と共に蓋をしたルツボ中におくだけで良い。Ai元素量は金属重量%で成形体重量に対し外部0.01%以上である。

これは0.01%以下だと焼結体の緻密化が充分に進まないからである。上限の制約はないが、過剰のAtは成形体表面、容器内面あるいは加熱装置表面等に付着して好ましくない。通常5%以下で好適な結果が得られる。つぎに本発明における成形方法としては、普通セラミックスの成形に使用される方法がすべて使用できる。すなわち、プレス成形、泥W鑄込成形、射出成形、押出成形などが適当である。焼成は非酸化性雰囲気中1900~2300℃で行うことが必要である。非酸化性雰囲気としては窒素、アルゴン、ヘリウム、水素などが使用できるが中でもアルゴン、ヘリウムが便利で好ましい。温度はより好ましくは1950~2200℃である。温度が1900℃より低いと緻密化が充分進まず、高密度焼結体を得られず、2300℃より高いと成形体が分解し過ぎ多孔化し好ましくないからである。なお、時間は通常0.1~24時間、必要でより好ましくは0.5~10時間である。これは時間が短が過ぎると緻密化せず、また緻密化しても充分な強度が生ぜず、長過ぎると分解し過ぎ多孔化し好ましくないことが多いからである。6\$ 雰囲気圧力は無加圧あるいは減圧でも良く、またホットアイソスタティックプレス法でも良い。

#### 作用

ここで本発明の焼結過程について説明すると次の通りである。AiとSiCあるいはSiCの表面酸化物との反応に上り液相が形成され、その液相の存在下でSiC粒子の好ましい粒成長が起ると同時に液相を主体とした分解蒸発が起り成形体からの脱離も進むと考えられる。A1元素を成形体外部におく意味はつぎのようである。すなわち、Ac元素を成形体内部だけにおくと、前述の反応が起った場合、Ac元素特に、Ae蒸気量が少ないと緻密化が充分進行せず、また多過ぎると発泡により、成形体が多孔化し易い。つまりA9元素の最適量が存在し、この範囲はかなり限られた値であると共に、SiCの原料純度、粒度、成形体密度、あるいは焼結の温度、時間、雰囲気等の変化により、その最適量も変動し、最適な焼結を行なうことおよびその再現が困難である。そこで元素を成形体外部におけば、Ag、蒸気が焼結進行と共に成形体に取り込まれ、必要かつ充分な量の液相が自動的に形成され、最適な焼結が実現されるのである。つまり焼結初期の段階では成形体は充分多孔質であるのでAe蒸気は成形体内部まで侵入可能であり、焼結が進んだ段階では、成形体の緻密化が進行して空孔量の減少と共に空孔径も減少して過剰のAtの侵入が阻止されるので、焼結が完了すると共に発泡して多孔化することもないのである。但し本発明の元素を含む添加物がないかもしくは少ない成形体の場合、内部に比べ成形体表面で液

相が多く生成し速く緻密化してしまい、内部がt&密化するのに充分なAQの侵入が阻止され、全体としての緻密化が達成されない。

本発明の添加物の役割は、前述のような成形体の内部と表面の不均一な反応を防ぐことにある。

つまり成形体表面の急激な反応を抑え、緻密化の進行と共に進む空孔の微細化を均一にするか、添加物とSiCあるいは生成される液相との界面がA9元素の拡散を促進するといった機構によると考えられる。しかしながら添加物とSiCあるいは生成される液相との相互の反応等詳しく機構は解明されて、いない。本発明以外の元素添加物の場合、成形体が緻密化しないか、あるv・は緻密化しても発泡し多孔化して17ようことから本発明添加物の効果は明らかである。添加元素の形態は任意のものが利用できるが、前述の理由により、焼結温度で安定な酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複合化合物として、または途中工程で該化合物に転化しうるものとして使用するのが好適である。

#### 発明の効果

20 このように本発明は、常圧焼結において従来の焼結添加剤よりはるかに広範囲の添加物が選択できるため、混合、成形、脱脂、焼結工程に好適なものが選べ、またSiC質焼結体の物性例えば電気伝導度等が広範囲に選択できる利点を有するものである。さらに、焼結添加元素に炭素を使用していないので、SiCとの混合に水が使用可能で、そのため添加物を充分に分散することが出来、よた鼎、脂工程においても、炭素が含まれていないので、空气中で脱脂することが出来る添加物を選択し得るのである。また焼結においては非酸化性\$の圧力を高めたいわゆるホットアイソスタティックプレス法も適用可能である。

本発明で得られるSiCと添加物からなる複合焼結体は、SiCの特性の他に種々の特性を付与できる。例えばSiC焼結体の電気抵抗は通常100~10<sup>7</sup>Ω・cm程度であるが、■a族、Va族、■a族元素の添加により、その電気抵抗を10~2Ω・cm以下とすることが可能で、これは難加工性のSiC焼結体に、放電加工を容易にするという利点を付与する。

以上のごとく本発明の利点は明らかであるが、つぎのような利、巨もあげることができる。すなわち、本発明で適用可能な添加元素はかなり広範囲なものである。原料SiCの製造時あるいは粉碎工程等で不可避免的に混入する不純物や、意識的に添加する元素を本発明添加元素に選べば、特に添加物を配合する工程を経ることなく焼結が可能で、これも本発明の適用範囲となる。また、本発明添加元素以外の元素に関しても少量であれば焼結に特に悪影響を与えることはなく、添加物として酸化物、窒化物、珪化物等が使用できることは、原料SiCが多少酸化あるいは窒化されていても、また遊離珪素を含んでいても充分焼結可能であることを示す。

## 実施例 パ

このように本発明は工業的に極めて有利なものであり、これはさらに以下に示す実施例にてより理解されるであろう。第1表に示した実施例1～16はSiC粉末と純度98%以上の添加物を液状もしくは固体の場合は2m27g以上の粉末として混合乾燥し、1500ks/cm2にて液圧成形し、10X5X60mmの成形体とし、この成形体を蓋付きカーボンルツボ中にAx元素含有物と共に収納し、該カーボンルツボをアルゴンがス通気中に置いて、第1表に示した焼成条件により焼結して得たものである。それぞれの焼結体の密度、曲げ強度、電気抵抗を第1表に示す。 10

⑤ 日本国特許庁(JP) ⑥ 特許出願公開  
 ⑦ 公開特許公報(A) 昭61-26565

⑧ Int.Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑨ 公開 昭和61年(1986)2月5日  
 C 04 B 35/56 1 0 1 7158-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑩ 発明の名称 SiC質焼結体の製造方法

⑪ 特 願 昭59-148328

⑫ 出 願 昭59(1984)7月17日

⑬ 発 明 者 可 児 章 犬山市富岡新町5丁目36

⑭ 出 願 人 株式会社ノリタケ カ 名古屋市西区則武新町3丁目1番36号  
 ンパニー リミテド

⑮ 代 理 人 弁理士 土 川 晃

明 細 書

1. 発明の名称

SiC質焼結体の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Be、B、Al、Fe族元素、Va族元素、

Ⅵa族元素あるいはそれらの元素の含有物の内少なくとも1種以上の添加物を配合し、残部が実質的にSiCからなる混合物を成形後非酸化性雰囲気中で焼結するにあたり、成形体外部にAl元素あるいはAl含有物を共存させることを特徴とするSiC質焼結体の製造方法。

(2) 焼結を非加圧あるいは非酸化性ガス加圧で行なう特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

(3) 焼結温度を1900-2300℃で行なう特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の製造方法。

(4) 添加物が配合時に、あるいは焼結過程までに酸化して、酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複化合物の内少

なくとも1種以上である特許請求の範囲第1項、第2項又は第3項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明はSiC質焼結体、特に成形後無加圧で焼結するいわゆる通常焼結であっても緻密かつ高強度のSiC質焼結体を得ることのできる製造方法に関するものである。

従来の技術

SiCは従来より硬度が高く、耐摩耗性にすぐれ、熱膨張率が小さく、また分解温度が高く、耐酸化性が大きく、化学的に安定で、かつ一般にかなりの電気伝導性を有する有用なセラミックス材料として知られている。このSiCの高密度焼結体は上記の性質に加え、強度が高圧まで大きく、耐熱衝撃性にすぐれ、高温構造材料として有望とされ、ガスタービン用をはじめとして種々の用途にその応用が試みられている。SiCは共有結合性の強い化合物であるため、単独では焼結が困難であり、高密度の焼結体を得るためには何らかの

## 特開昭61-26565(2)

焼結助剤の添加が必要である。そしてホットプレス法の場合には焼結助剤としてB、B<sub>2</sub>C、AlあるいはAlNなどが知られている。また常圧焼結法の場合には、B、B<sub>2</sub>C、Al、AlNに加えて炭素を添加することが知られている。

## 発明が解決しようとする問題点

しかし前記常圧焼結助剤を用いる方法では、助剤を微粒化するのに困難であったり、助剤が活性なため、SiCとの混合に簡便な水素を使用することができなかつたり、また成形後の脱脂工程に空気雰囲気を使用できない等の困難を有している。さらに助剤添加量の最適化には、原料選定、配合方法および焼結条件等種々の要因を制御する必要があるばかりでなく、焼結されたSiCの物性改善は限られたものしか期待できず充分なものとはいえない。

## 問題点を解決するための手段

そこで本発明者はホットプレス法によらない通常焼成の方法によっても、従来と同等以上の特性を持ったSiC質焼結体を簡易な方法で製造す

ることを目的に実験を重ねた結果、本発明に至ったもので、本発明は、Be、B、Al、Ⅷ族元素、Ⅴ族元素、Ⅵ族元素あるいは該元素化合物の内少なくとも1種以上を添加し、残部が実質的にSiCからなる混合物を成形後該成形体外部にAl元素あるいはAl含有物の共存下で、特に圧力を加えることなく、焼結してSiC質焼結体を得ることを要旨とするものである。

本発明の原料、製造方法などについて以下具体的に説明する。

まずSiC原料としてはα形、β形いずれの結晶形のものでも同様に使用できる。純度は98%以上のものが好ましいが、90~98%のものも有効に使用できる。粒度は極微粒の場合、平均粒径よりも比表面積で表わすことが適当であり、本発明の目的を有利に達成するには、比表面積5m<sup>2</sup>/g以上好ましくは10m<sup>2</sup>/g以上のものを使用することがよい。

つぎに添加物として使用する元素は、金属であってもよいし他元素との化合物であっても構わない

が、粉砕、混合、成形、脱脂等の工程で安定なものが、また昇温中に逸散することのないよう、融点が高く蒸気圧の低いものが好ましく、酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複化合物であることが好適である。該化合物は、配合時にその形態である必要はなく、例えば脱脂あるいは焼結の昇温過程等途中の工程で転化するものでもよい。該添加元素の各種アルコールや水酸化物はその好適な例であって、例えば空気中であれば酸化物を形成し、窒素雰囲気中であれば窒化物を形成し、炭素共存状態であれば炭化物が形成される等の転化が起る。該添加元素の形状は成形体中で分散状態のよいことが必要であるため、微体かもしくは固体の場合通常5m<sup>2</sup>/g以上の比表面積を有するものを使用するのが好ましい。添加量の下限は添加元素の金属重量%で0.1%である。これ以下では焼結しても緻密化が充分進まず高密度焼結体が得られない。添加量の上限は、焼結体の緻密度と共に添加物とSiCの複合体の好適な特性を実験的に定めることにより決定される

ものであって、実質的な制限は存在しないが、SiCの物性を優先させる目的においてはおよそ50%以下とするのが常識的である。各元素あるいは化合物の中には多量に添加すると焼結体の緻密化を阻害したり多孔化させるものや焼結体の物性に好ましくない影響を与えるものもあり、これら元素あるいは化合物については、およそ10%以下という少量にとどめることが良好な結果を与える。

つぎに、焼結時に共存させておくAl元素あるいはAl含有物の形態については、焼結温度1900~2300℃の範囲でAl蒸気が発生するものであればよく、実質的な制約は何もない。焼結中はAl蒸気が多量に逸散しない程度に成形体と共存Al元素は密封された状態にあるのが望ましい。簡便には、Al金属の塊や粉末を成形体と共に真空したルーフ中におくだけでよい。Al元素量は金属重量%で成形体重量に対し外部0.01%以上である。これは0.01%以下だと焼結体の緻密化が充分に進まないからである。上限の制約はないが、過

## 特開昭61-26565(3)

雰囲気圧力は無加圧あるいは減圧でも良く、またホットアイソスタティックプレス法でも良い。

## 作用

ここで本発明の焼結過程について説明すると次の通りである。AlとSiCあるいはSiCの表面酸化物との反応により液相が形成され、その液相の存在下でSiC粒子の好ましい粒成長が起ると同時に液相を主体とした分解蒸発が起り成形体からの脱離も進むと考えられる。Al元素を成形体外部におく意味はつぎのようである。すなわち、Al元素を成形体内部だけにおくと、前述の反応が起った場合、Al元素特に、Al蒸気量が少なくと緻密化が充分進行せず、また多過ぎると発泡により、成形体が多孔化し易い。つまりAl元素の最適量が存在し、この範囲はかなり限られた値であると共に、SiCの原料純度、粒度、成形体密度、あるいは焼結の温度、時間、雰囲気等の変化により、その最適値も変動し、最適な焼結を行なうことおよびその再現が困難である。そこで元素を成形体外部におけば、Al蒸気が焼結進行と共に成形体に取込

割のAlは成形体表面、容器内面あるいは加熱装置表面等に付着して好ましくない。通常5%以下で好適な結果が得られる。

つぎに本発明における成形方法としては、普通セラミックスの成形に使用される方法がすべて使用できる。すなわち、プレス成形、旋盤加工成形、射出成形、押出成形などが適当である。焼成は非酸化性雰囲気中1900-2300℃で行うことが必要である。非酸化性雰囲気としては窒素、アルゴン、ヘリウム、水素などが使用できるが中でもアルゴン、ヘリウムが便利で好ましい。温度はより好ましくは1950-2200℃である。温度が1900℃より低いと緻密化が充分進まず、高密度焼結体が得られず、2300℃より高いと成形体が分解し過ぎ多孔化し好ましくないからである。なお、時間は通常0.1-24時間、必要でより好ましくは0.5-10時間である。これは時間が短か過ぎると緻密化せず、また緻密化しても充分な強度が生ぜず、長過ぎると分解しすぎ多孔化し好ましくないことが多いからである。雰

まれ、必要かつ充分な量の液相が自動的に形成され、最適な焼結が実現されるのである。つまり焼結初期の段階では成形体は充分多孔質であるのでAl蒸気は成形体内部まで侵入可能であり、焼結が進んだ段階では、成形体の緻密化が進行して空孔量の減少と共に空孔径も減少して過剰のAlの侵入が阻止されるので、焼結が完了すると共に発泡して多孔化することもないのである。但し本発明の元素を含む添加物がないかもしくは少ない成形体の場合は、内部に比べ成形体表面で液相が多く生成し速く緻密化してしまい、内部が緻密化するのに充分なAlの侵入が阻止され、全体としての緻密化が達成されない。

本発明の添加物の役割は、前述のような成形体の内部と表面の不均一な反応を防ぐことにある。つまり成形体表面の急激な反応を抑え、緻密化の進行と共に進む空孔の微細化を均一にするか、添加物とSiCあるいは生成される液相との界面がAl元素の拡散を促進するといった機構によると考えられる。しかしながら添加物とSiCあるいは

生成される液相との相互の反応等詳しい機構は解明されていない。本発明以外の元素添加物の場合、成形体が緻密化しないか、あるいは緻密化しても発泡し多孔化してしまうことから本発明添加物の効果は明らかである。添加元素の形態は任意のものが利用できるが、前述の理由により、焼結温度で安定な酸化物、炭化物、窒化物、珪化物、硼化物あるいはそれらの複合物として、または途中工程で炭化合物に転化しうるものとして使用するのが好適である。

## 発明の効果

このように本発明は、常圧焼結において従来の焼結添加剤よりはるかに広範囲の添加物が選択できるため、混合、成形、脱脂、焼結工程に好適なものが選べ、またSiC質焼結体の物性例えば電気伝導度等が広範囲に選択できる利点を有するものである。さらに、焼結添加元素に反応を使用していないので、SiCとの混合に水が使用可能で、そのため添加物を充分に分散することが出来、また脱脂工程においても、炭素が含まれていないの

## 特開昭61-26565(4)

で、空气中で脱脂することが出来る添加物を選択し得るものである。また焼結においては非酸化性ガスの圧力を高めたいわゆるホットアイソスタティックプレス法も適用可能である。

本発明で得られるSiCと添加物からなる複合焼結体は、SiCの特性の他に種々の特性を付与できる。例えばSiC焼結体の電気抵抗は通常 $10^2 \sim 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ 程度であるが、ⅡA族、ⅤA族、ⅥA族元素の添加により、その電気抵抗を $10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下とすることが可能で、これは難加工性のSiC焼結体に、放電加工を容易にするという利点を付与する。

以上のごとく本発明の利点は明らかであるが、つぎのような利点もあげることができる。すなわち、本発明で適用可能な添加元素はかなり広範囲なものであるので、原料SiCの製造時あるいは粉砕工程等で不可避免的に混入する不純物や、意図的に添加する元素を本発明添加元素に選べば、特に添加物を配合する工程を経ることなく焼結が可能で、これも本発明の適用範囲となる。また、本

発明添加元素以外の元素に関しても少量であれば焼結に特に悪影響を与えることはなく、添加物として酸化物、窒化物、塩化物等が使用できることは、原料SiCが多少酸化あるいは窒化されていても、また遊離酸素を含んでいても充分焼結可能であることを示す。

## 実施例

このように本発明は工業的に極めて有利なものであり、これはさらに以下に示す実施例にてより理解されるであろう。第1表に示した実施例1～16はSiC粉末と純度98%以上の添加物を液状もしくは固体の場合は $2 \text{ g/g}$ 以上の粉末として混合乾燥し、 $1500 \text{ kg/cm}^2$ にて脱圧成形し、 $10 \times 5 \times 60 \text{ mm}$ の成形体とし、この成形体を真空付きカーボン炉中でAl元素含有物と共に収納し、該カーボン炉をアルゴンガス通気中に置いて、第1表に示した焼成条件により焼結して得たものである。それぞれの焼結体の密度、曲げ強度、電気抵抗を第1表に示す。

第 1 表													
SiC				添加物			Al含有物		焼成条件		焼結体の特性		
	結晶形	純 度 (%)	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	元 素 形 態	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	添 加 量 成形体に 対する内部 重量%	元 素 形 態	共 存 量 成形体に 対する内部 重量%	温 度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	時 間 (hr)	密 度 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	曲げ強度 ( $\text{kg}/\text{mm}^2$ )	電気抵抗 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
1	$\alpha$	98<	15	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	2	Al金属	2	2100	1	3.13	45	$10^3$
2	"	"	"	BN	4	5	"	2	"	"	3.14	50	$10^3$
3	"	"	"	AlN	6	5	"	2	"	"	3.18	65	$10^3$
4	"	"	"	AlN	6	10	"	2	"	"	3.18	62	$10^3$
5	"	"	"	Alプロポキシド	液体	10	"	1	"	"	3.18	66	$10^3$
6	"	"	"	TiC <sub>95</sub> N <sub>5</sub>	3	5	"	2	2000	3	3.13	44	$10^4$
7	"	"	"	TiB <sub>2</sub>	3	5	"	2	"	"	3.10	39	$10^4$
8	"	"	"	ZrO <sub>2</sub>	8	5	"	2	"	"	3.18	60	$10^4$
9	"	"	"	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	5	6	Al <sub>2</sub> SiC <sub>5</sub>	3	2100	1	3.03	38	$10^4$
10	"	"	"	MoSi <sub>2</sub>	3	6	"	3	"	"	3.05	35	$10^4$
11	"	"	"	WO <sub>3</sub>	6	5	"	3	"	"	3.08	41	$10^4$
12	"	"	"	Ni(OH) <sub>2</sub>	8	5	"	2	"	"	2.40	14	$10^4$
13	"	"	"	—	—	0	Al金属	2	"	"	2.30	11	$10^3$
14	"	"	"	ZrO <sub>2</sub>	8	4	—	0	"	"	2.05	7	$10^3$
15	$\beta$	99<	13	AlN	6	5	Al金属	2	"	"	3.15	68	$10^3$
16	"	"	"	AlN	6	10	"	2	"	"	3.15	70	$10^3$

\*は比較例



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**